

Casting polymerisation process for preparing sulfur-containing urethane resin lens

Patent Number: EP0271839, A3, B1

Publication date: 1988-06-22

Inventor(s): SASAGAWA KATSUYOSHI; KANEMURA YOSHINOBU; IMAI MASAO

Applicant(s): MITSUI TOATSU CHEMICALS (JP)

Requested Patent: JP1045611

Application Number: EP19870118391 19871211

Priority Number (s): JP19870054353 19870310; JP19870092685 19870415; JP19860298198 19861215

IPC Classification: B29C33/60; C08G18/38; C08G18/75; C08K5/02; C08K5/17; C08K5/52; C08K5/54

EC Classification: B29C33/60, C08G18/38H30, C08G18/73, C08G18/75, C08G18/76B6, C08K5/02, C08K5/19, C08K5/21, C08K5/54

Equivalents: AU598076, AU8251487, BR8706784, CA1325304, CN1039210C, CN87108126, DE3751726D, DE3751726T, JP7077733B, KR9201650

Cited patent(s): US4220727; WO8601215; EP0138130; EP0155116; JP60199016

Abstract

There is here provided a casting polymerization process for preparing a sulfur-containing urethane resin lens by which the lens can be easily released from a lens matrix and by which the surface of the lens can have a high transparency and a good surface accuracy, the aforesaid process being characterized in that in casting-polymerizing a polyisocyanate having two or more isocyanate groups and a polythiol having two or more thiol groups in the lens matrix made of glass or metal, the surface active agent comprising one or more selected from the group consisting of fluorine and silicon series nonionic surface active agents, alkyl quaternary ammonium salts and acidic phosphate esters is previously added, as an internal release agent, to the mixture of the polyisocyanate and the polythiol.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑫ 公開特許公報 (A)

昭64-45611

⑬ Int. Cl. 1

B 29 C 39/36
39/02
G 02 B 3/00
// B 29 K 75:00
105:32
B 29 L 11:00

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)2月20日

7722-4F
7722-4F
Z-7036-2H

4F 審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑮ 発明の名称 含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法

⑯ 特願 昭62-304644

⑰ 出願 昭62(1987)12月3日

優先権主張

⑱ 昭61(1986)12月15日 ⑯ 日本 (JP) ⑭ 特願 昭61-298198

⑲ 昭62(1987)3月10日 ⑯ 日本 (JP) ⑭ 特願 昭62-54353

⑳ 昭62(1987)4月15日 ⑯ 日本 (JP) ⑭ 特願 昭62-92685

㉑ 発明者 笹川 勝好 神奈川県横浜市港北区新吉田町1510

㉒ 発明者 今井 雅夫 神奈川県横浜市瀬谷区橋戸1-11-10

㉓ 発明者 金村 芳信 神奈川県鎌倉市台4-5-45

㉔ 出願人 三井東圧化学株式会社 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号

㉕ 代理人 弁理士 藤本 博光 外2名

明細書

1. 発明の名称

含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法

2. 特許請求の範囲

1. 2個以上のイソシアネート基を有するポリイソシアネートと2個以上のチオール基を有するポリチオールとをガラスまたは金属製のレンズ母型の中で注型重合するに際し、予めポリイソシアネートとポリチオールとの混合物に界面活性剤を添加しておくことを特徴とする含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

2. 内部添加型の界面活性剤として、フッ素系ノニオン界面活性剤、シリコン系ノニオン界面活性剤、アルキル第4級アンモニウム塩および酸性硫酸エステルよりなる群から選んだ1種又は2種以上を添加しておくことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

3. 界面活性剤をポリイソシアネートとポリチオールの合計重量に対して、1~5000

ppm 添加することを特徴とする特許請求の範囲

第1項または第2項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

4. ポリイソシアネートが側鎖のアルキル基にイソシアネート基が置換された芳香族系ジイソシアネートまたは脂肪族系ジイソシアネートであることを特徴とする特許請求の範囲第1項または第2項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

5. ポリイソシアネートがキシリレンジイソシアネート、ビス(α、α-ジメチルイソシアネートメチル)ベンゼン、イソホロンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートから選んだ1種又は2種以上のポリイソシアネートである特許請求の範囲第1項または第2項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

6. ポリチオールとしてベンタエリスリトルテトラキス(3-メルカブトプロピオネート)、

ジベンタエリスリトールヘキサキス(3-メルカトプロピオネート)、キシリレンジチオール、及び1,3,5-トリス(3-メルカトプロピル)イソシアヌレートから選んだ1種又は2種以上を使用することを特徴とする特許請求の範囲第1項または第2項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

7. フッ素系ノニオン界面活性剤が
ユニダインDS-401(ダイキン工業
株式会社製)、
ユニダインDS-403(ダイキン工業
株式会社製)、
エフトップEF122A(新秋田化成株式
会社製)、
エフトップEF126(新秋田化成株式
会社製)、
エフトップEF301(新秋田化成株式
会社製)

から選んだ1種又は2種以上である特許請求の範囲第2項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型

ト、トリデカノールアシッドホスヘート及びビス(トリデカノールアシッド)ホスヘートから選んだ1種又は2種以上である特許請求の範囲第2項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、ポリイソシアネートとポリチオールとから注型重合により含硫ウレタン樹脂製のレンズを得る方法に関する。

(従来の技術)

近年、ウレタン樹脂は自動車のバンパーや機械部品としても広く用いられている。従来、これらの部品をポリイソシアネートとポリオールとを注型重合により得るには、予め金属製の鋳型を適当な外部鋳型剤で処理して鋳型の表面に被膜を形成させておくことにより、重合後のウレタン樹脂が鋳型から容易に脱離するような工夫がなされている。

重合方法。

8. シリコン系ノニオン界面活性剤がQ2-120A(ダウ社試作商品名)である特許請求の範囲第2項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

9. アルキル第4級アンモニウム塩がトリメチルセチルアンモニウム、トリメチルステアリルアンモニウム、ジメチルエチルセチルアンモニウム、トリエチルドデシルアンモニウム、トリオクチルメチルアンモニウム、ジエチルシクロヘキシルドデシルアンモニウムのハロゲン塩、磷酸塩、硫酸塩から選んだ1種又は2種以上である特許請求の範囲第2項記載の含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法。

10. 酸性磷酸エステルがイソプロピルアシッドホスヘート、ジイソプロピルアシッドホスヘート、ブチルアシッドホスヘート、ジブチルアシッドホスヘート、オクチルアシッドホスヘート、ジオクチルアシッドホスヘート、イソデシルアシッドホスヘート、ジイソデシルアシッドホスヘー

(発明が解決しようする問題点)

本発明者らは、含硫ウレタン樹脂が高度の屈折率を有しつつ可視光における低分散性を有することに着目し、これをレンズなどの光学部品に利用することを研究しているが、眼鏡レンズなどの作成においてレンズ表面の面精度は極めて高度であることが要求される。しかるに、ガラスまたは金属製のレンズ母型に従来知られているフッ素系鋳型剤やシリコン系鋳型剤を用いて鋳型膜を形成させる場合、鋳型膜の厚さが一定になり難く、従ってレンズ表面の面精度を一定に維持することが困難なことと、鋳型した後の含硫ウレタン製レンズの一部または全面に鋳型膜が移行して、表面状態を著しく悪くすることが判った。

そこで、本発明者らは外部鋳型剤に替えて内部鋳型剤すなわち、ガラスまたは金属製のレンズ母型を鋳型剤処理せずにポリイソシアネートとポリチオールとの混合物に添加して鋳型効果を発揮する鋳型剤をすべく研究を行った。従来、ポリイソシアネートとポリオールを用いて注型重合する

際に内部離型剤としてステアリン酸亜鉛（特開昭60-245622号公報）、硬化カスター油（特開昭60-255835号公報）、カルボキシアルキルシロキサン（特開昭59-38044号公報）などが知られているが、これらの化合物をポリイソシアネートとポリチオールとの混合物に適用すると、相溶性が小さいため混合物が白濁するばかりでなく、重合後の離型は不可能であった。そこで種々の化合物を当たった結果、ポリイソシアネートとポリチオールとの混合物に、内部離型剤としてフッ素系ノニオン界面活性剤、シリコン系ノニオン界面活性剤、アルキル第4級アンモニウム塩および酸性堿酸エステルのいずれかを添加しておくことにより、注型重合された含硫ウレタン樹脂製レンズがレンズ母型から容易に離型するばかりでなく、得られたレンズは高い透明性を維持し、面精度も極めて良好なことを見い出し、本発明を完成した。以上の記述から明らかなように、本発明の目的はレンズ母型からの離型が容易で、得られたレンズは高い透明性と面精度を有す

る含硫ウレタン樹脂製レンズの注型重合方法を提供することである。

（問題点を解決するための手段）

本発明は、2個以上のイソシアネート基を有するポリイソシアネートと2個以上のチオール基を有するポリチオールとをガラスまたは金属製のレンズ母型の中で注型重合するに際し、予めポリイソシアネートとポリチオールとの混合物に界面活性剤を添加しておくことにより、面精度の良好な含硫ウレタン樹脂製レンズを容易に製造しうる注型重合方法である。

本発明に用いる2個以上のイソシアネート基を有するポリイソシアネートとしては、m-キシリレンジイソシアネート、p-キシリレンジイソシアネート、テトラクロロ-m-キシリレンジイソシアネート、1,3-ビス(α,α-ジメチルイソシアネートメチル)ベンゼン、1,4-ビス(α,α-ジメチルイソシアネートメチル)ベンゼン、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリレンジイソシアネー

ト、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートのビウレット化反応物、ヘキサメチレンジイソシアネートとトリメチロールプロパンとのアダクト生成物、4,4'-ジシクロヘキシルメタンジイソシアネートおよびリジンイソシアネート-β-イソシアネートエチルエステルなどが挙げられるが、含硫ウレタン樹脂製レンズの耐候性、特に経時に黄色に着色する傾向の小さい、キシリレンジイソシアネート、ビス(α,α-ジメチルイソシアネートメチル)ベンゼン、などの側鎖のアルキル基にイソシアネート基が置換された芳香族系ジイソシアネートやイソホロンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートなどの脂肪族系ジイソシアネートが好ましく、さらに注型重合時の重合速度が適当に速く、含硫ウレタン樹脂製レンズに高度の屈折率を賦与しうるキシリレンジイソシアネートが特に好ましい。

また、2個以上のチオール基を有するポリチオールとしては、ジ(2-メルカプトエチル)エー

テル、1,2-エタンジチオール、1,4-ブタンジチオール、ジ(2-メルカプトエチル)スルフィド、エチレングリコールジオグリコレート、トリメチロールプロパントリス(チオグリコレート)、ベンタエリスリトールテトラキス(2-メルカプトアセテート)、ベンタエリスリトールテトラキス(3-メルカプトプロピオネート)、ジベンタエリスリトールヘキサス(3-メルカプトプロピオネート)、ジベンタエリスリトールヘキサス(2-メルカプトアセテート)、1,2-ジメルカプトベンゼン、4-メチル-1,2-ジメルカプトベンゼン、3,6-ジクロロ-1,2-ジメルカプトベンゼン、3,4,5,6-テトラクロロ-1,2-ジメルカプトベンゼン、0-キシリレンジチオール、m-キシリレンジチオール、p-キシリレンジチオール、および1,3,5-トリス(3-メルカプトプロピル)イソシアヌレートなどが挙げられるが、注型重合の際に、重合反応の初期が困難にならず、比較的緩やかに重合反応を進めることができたベンタエリスリト

ールテトラキス(3-メルカブトプロピオネート)、ジベンタエリスリトールヘキサキス(3-メルカブトプロピオネート)、キシリレンジチオールおよび1,3,5-トリス(3-メルカブトプロピル)イソシアヌレートが特に好ましい。

これらのポリイソシアネートとポリチオールの使用割合はNCO/SHのモル比率为0.5~3.0の範囲、好ましくは0.5~1.5の範囲である。

また、本発明においてポリイソシアネートとポリチオールの重合反応を促進するためにジブチルチングラウレートやジメチルチクロライドなどの重合触媒をポリイソシアネートとポリチオールの合計重量に対して0.01~1.0重量%加えてもよい。

また、本発明において用いるフッ素系ノニオン界面活性剤およびシリコン系ノニオン界面活性剤は分子内にバーフルオロアルキル基またはジメチルポリシロキサン基を有しあつヒドロキシアルキル基やリン酸エステル基を有する化合物であり、

また、本発明に用いる酸性磷酸エステルとしてはイソアプロピルアシッドホスヘート、ジイソアプロピルアシッドホスヘート、ブチルアシッドホスヘート、ジブチルアシッドホスヘート、オクチルアシッドホスヘート、ジオクチルアシッドホスヘート、イソデシルアシッドホスヘート、ジイソデシルアシッドホスヘート、トリデカノールアシッドホスヘート、ビス(トリデカノールアシッド)ホスヘートおよびこれらの2種以上の混合物などが挙げられる。

該内部触型剤の使用量は単独または2種以上の混合物としてポリイソシアネートとポリチオールの合計重量に対して1~5000ppmの範囲で添加する。添加量が1ppm未満であると触型能が極端に悪化し、5000ppmを越えると注型重合中にガラスまたは金属製のレンズ母型から触型が起ってしまい注型重合後のレンズ表面の面精度が悪化するのみならず、得られるレンズが白濁し易いので好ましくない。

かくして、本発明によりレンズ等の光学部品を

前者のフッ素系ノニオン界面活性剤としてはユニダインDS-401(ダイキン工業株式会社製)、ユニダインDS-403(ダイキン工業株式会社製)、エフトップEF122A(新秋田化成株式会社製)、エフトップEF126(新秋田化成株式会社製)、エフトップEF301(新秋田化成株式会社製)があり、後者のシリコン系ノニオン界面活性剤としては米国ダウ社の試作品であるQ2-120Aがある。

また、本発明において用いるアルキル第4級アンモニウム塩は通常、カチオン界面活性剤として知られているものであり、アルキル第4級アンモニウムのハロゲン塩、燐酸塩、硫酸塩などがあり、クロライドの型で例を示せば、トリメチルセチルアンモニウムクロライド、トリメチルステアリルアンモニウムクロライド、ジメチルエチルセチルアンモニウムクロライド、トリエチルドデシルアンモニウムクロライド、トリオクチルメチルアンモニウムクロライド、ジエチルシクロヘキシルドデシルアンモニウムクロライドなどが挙げられる。

製作するには以下のようを行う。

ポリイソシアネートとポリチオールとを所定割合に混合した混合物に本発明に用いる内部触型剤を1~5000ppm添加し、さらに必要に応じて上述のジブチルチングラウレートやジメチルチクロライドなどの重合触媒の所定量を加えた混合物をガラスまたは金属製のレンズ母型とポリエチレン製などのガスケットとを組み合わせた鋳型の中に注入し、加熱硬化させたのち、冷却して鋳型から成型された合硫ウレタン樹脂製レンズを触型させることにより得られる。注型重合の所要時間は使用するポリイソシアネートやポリチオールの種類と加熱温度により異なるが、通常30~120℃の温度で3~24時間である。

(作用)

本発明の製造方法によりポリイソシアネートとポリチオールを注型重合するとレンズ表面の面精度が高度で、かつ高い透明性を維持したレンズを容易に得るこができる。

(実施例)

以下、実施例を示すが、実施例中の部は重量部を示す。

実施例 1

2枚のガラス製レンズ母型とポリエチレン製ガスケットとを組み合せた鋳型の中に、m-キシリレンジイソシアネート94部、ベンタエリスリトルテトラキス(メルカブトプロピオネート)122部、ジブチル錫ジラウレート0.05部およびフッ素系ノニオン界面活性剤(ユニダインDS-401ダイキン工業株式会社製)100ppmの均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱して重合させたのち、冷却し、鋳型から離型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中に離型は起らず、冷却後のレンズのガラス製母型レンズからの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

140部、m-キシリレンジチオール68部、ジブチル錫ジラウレート0.1部、フッ素系ノニオン界面活性剤(ユニダインDS-403ダイキン工業株式会社製)50ppmおよびシリコン系ノニオン界面活性剤(米国ダウ社試作品Q2-120A)100ppmの均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱して重合させたのち、冷却し、鋳型から離型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の離型は起らず、冷却後のレンズのガラス製母型レンズからの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持していた。

実施例 4

実施例1においてフッ素系ノニオン界面活性剤(ユニダインDS-401ダイキン工業株式会社製)100ppmの代りに別のフッ素系ノニオン界面活性剤(エフトップEF122A新秋田化成株式会社製)500ppmを用いる以外は実施例1と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを

実施例 2

2枚のガラス製レンズ母型とポリエチール型ガスケットとを組み合せた鋳型の中にp-キシリレンジイソシアネート100部、m-キシリレンジチオール90部、ジブチル錫ジラウレート0.1部およびシリコン系ノニオン界面活性剤(米国ダウ社試作品Q2-120A)150ppmの均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱して重合させたのち、冷却し、鋳型から離型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の離型は起らず、冷却後のレンズのガラス製母型レンズからの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例 3

2枚のガラス製レンズ母型とポリエチレン製ガスケットとを組み合せた鋳型の中にm-キシリレンジイソシアネート188部、1.3.5-トリス(3-メルカブトプロピル)イソシアヌレート

を得た。重合中の離型は起らず、冷却後のレンズのガラス製母型レンズからの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例 5

実施例2においてシリコン系ノニオン界面活性剤(米国ダウ社試作品Q2-120A)150ppmの代りにフッ素系ノニオン界面活性剤(エフトップEF126新秋田化成株式会社製)250ppmを用いる以外は実施例2と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の離型は起らず、冷却後のレンズのガラス製母型レンズからの離型は容易であり、かつ得られたレンズの母型レンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例 6

実施例1においてフッ素系ノニオン界面活性剤(ユニダインDS-401ダイキン工業株式会社製)100ppmの代りに別のフッ素系ノニオン界面活性剤(エフトップEF301新秋田化成株

式会社製) 200 ppmを用いる以外は実施例1と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の型は起らす、冷却後のレンズのガラス製母型からの型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例7

2枚のガラス製レンズ母型とポリエチレン製ガスケットとを組み合せた鋳型の中に2個以上のイソシアネート基を有するポリシアネートとしてm-キシリレンジイソシアネート94部、2個以上のチオール基を有するポリチオールとしてベンタエリスリトールテトラキス(メルカブトプロピオネート)122部、重合触媒としてジブチルチジラウレート0.05部およびアルキル第4級アンモニウムとしてトリメチルセチルアンモニウムクロライド500 ppmの均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱したのち、冷却し、鋳型から型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。

スケットを組み合せた鋳型の中にm-キシリレンジイソシアネート188部、1,3,5-トリス(3-メルカブトプロピル)イソシアヌレート40部、m-キシリレンジチオール68部、ジブチルチジラウレート0.1部およびジメチルエチルセチルアンモニウムクロライド2000 ppmを加えた均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱したのち、冷却し、鋳型から型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の型は起らす、冷却後のレンズのレンズ母型からの型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を有していた。

実施例10

実施例7においてトリメチルセチルアンモニウムクロライド500 ppmの代りにトリエチルドテシルアンモニウムプロマイド1000 ppmを用いる以外は実施例7に準拠して、含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の型は起らす、冷却後のレンズのレンズ母型からの型は容易で

た。重合中の型は起らす、冷却後のレンズのレンズ母型からの型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を有しており、面精度も良好であった。

実施例8

2枚のガラス製レンズ母型とポリエチレン製ガスケットとを組み合せた鋳型の中にp-キシリレンジイソシアネート100部、m-キシリレンジチオール90部、ジブチルチジラウレート0.1部およびトリメチルステアリルアンモニウムクロライド1000 ppmを加えた均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱したのち、冷却し、鋳型から型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の型は起らす、冷却後のレンズのレンズ母型からの型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を有しており、面精度も良好であった。

実施例9

2枚のガラス製レンズ母型とポリエチレン製ガ

スケットを組み合せた鋳型の中にm-キシリレンジイソシアネート188部、1,3,5-トリス(3-メルカブトプロピル)イソシアヌレート40部、m-キシリレンジチオール68部、ジブチルチジラウレート0.1部およびジメチルエチルセチルアンモニウムクロライド2000 ppmを加えた均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱したのち、冷却し、鋳型から型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の型は起らす、冷却後のレンズのレンズ母型からの型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を有しており、面精度も良好であった。

実施例11

実施例7においてトリメチルセチルアンモニウムクロライド500 ppmの代りにトリオクチルメチルアンモニウムの堿酸塩1000 ppmを用いる以外は実施例7に準拠して、含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の型は起らす、冷却後のレンズのレンズ母型からの型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を有しており、面精度も良好であった。

実施例12

実施例7においてトリメチルセチルアンモニウムクロライド500 ppmの代りにジエチルシクロヘキシルドテシルアンモニウムの堿酸塩1000 ppmを用いる以外は実施例7に準拠して、含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の型は起らす、冷却後のレンズのレンズ母型からの型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を有しており、面精度も良好であ

った。

実施例 13

2枚のガラス製レンズ母型とポリエチレン製ガスケットとを組み合せた鋳型の中に、m-キシリレンジイソシアネート94部、ベンタエリスリトリールテトラキス(メルカブトプロピオネート)122部、ジブチルチジラウレート0.05部およびジイソプロピルアシッドホスヘート500 ppmの均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱したのち、冷却し、鋳型から離型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の離型は起らず、冷却後、レンズのレンズ母型からの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例 14

ガラス製レンズ母型1枚と金属製のレンズ母型1枚とポリエチレン製ガスケットとを組み合せた鋳型の中に、D-キシリレンジイソシアネート100部、m-キシリレンジオチール90部、ジ

脂製のレンズを得た。重合時の離型は起らず、冷却後、レンズのレンズ母型からの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持していた。

実施例 16

実施例13においてジイソプロピルアシッドホスヘート500 ppmの代りにジオクチルアシッドホスヘート1000 ppmを用いる以外は実施例13と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の離型は起らず、冷却後、レンズのレンズ母型からの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例 17

実施例13においてジイソプロピルアシッドホスヘート500 ppmの代りにイソデシルアシッドホスヘート1000 ppmを用いる以外は実施例13と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の離型は起らず、冷却後、レンズのレンズ母型からの離型は容易であり、かつ得

た。

ブチルチジラウレート0.1部およびジブチルアシッドホスヘート1000 ppmを加えた均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱したのち、冷却し、鋳型から離型して含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合時の離型は起らず、冷却後、レンズのレンズ母型からの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例 15

2枚のガラス製レンズ母型とポリエチレン製ガスケットとを組み合せた鋳型の中に、m-キシリレンジイソシアネート188部、1,3,5-トリス(3-メルカブトプロピル)イソシアヌレート140部、m-キシリレンジオチール68部、ジブチルチジラウレート0.1部およびオクチルアシッドホスヘート1000 ppmを加えた均一混合液を注入し、50℃で6時間、80℃で2時間、90℃で2時間、110℃で2時間加熱したのち、冷却し、鋳型から離型して含硫ウレタン樹

られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例 18

実施例13においてジイソプロピルアシッドホスヘート500 ppmの代りにビス(トリデカノールアシッド)ホスヘート1000 ppmを用いる以外は実施例13と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の離型は起らず、冷却後、レンズのレンズ母型からの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例 19

実施例1においてm-キシリレンジイソシアネート94部の代りに1,3-ビス(α,α-ジメチルイソシアネートメチル)ベンゼン172部を用いる以外は実施例1と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の離型は起らず、冷却後のレンズのガラス母型レンズからの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例20。

実施例2においてm-キシリレンジチオール90部の代りにジベンタエリスリトールヘキサキス(3-メルカブトプロピオネート)46部を用いる以外は実施例2と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の離型は起らず、冷却後のレンズのガラス母型からの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例21。

実施例3においてm-キシリレンジイソシアネート188部の代りにヘキサメチレンジイソシアネート168部を用いる以外は実施例3と同様に行って含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の離型は起らず、冷却後のレンズのガラス母型からの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

実施例22。

実施例9においてm-キシリレンジチオール

風乾して表面離型剤処理をしたガラス製レンズ母型を用いる以外は実施例1に準拠して加熱重合を行った。加熱重合後、冷却すると離型は容易であるが得られた含硫ウレタン樹脂製レンズの表面に一部離型剤が移行して不透明な部分を有していた。

比較例3

実施例7においてトリメチルセチルアンモニウムクロライドを使用しない以外は実施例7に準拠して加熱重合させたのち冷却しても、ウレタン樹脂製レンズがガラス製レンズ母型から離型せず、接着したままであった。

比較例4

比較例3においてガラス製レンズ母型を“ダイフリー-MS-181”(ダイキン工業株式会社製外部離型剤)100部とアセトン500部の混合液に浸漬したのち、ゆるやかに引き上げ風乾したガラス製レンズ母型を用いる以外は比較例3に準拠して、加熱、重合した。重合後、冷却する離型は容易であるが得られる含硫ウレタンレンズの表面に一部離型剤が移行して不透明な部分を有していた。

188部の代りにイソホロンジイソシアネート223部を用いる以外は実施例9と同様に行って、含硫ウレタン樹脂製のレンズを得た。重合中の離型は起らず、冷却後のレンズの母型レンズからの離型は容易であり、かつ得られたレンズの表面は高い透明性を維持しており、面精度も良好であった。

比較例1

実施例1においてフッ素系ノニオン界面活性剤(ユニダインDS-401)を添加しない以外は実施例1に準拠して加熱重合を行った。加熱重合させたのち冷却しても、含硫ウレタン樹脂製レンズがガラス製母型レンズから離型せず、接着したままであった。

比較例2

フッ素系ノニオン界面活性剤(ユニダインDS-401)を添加しないで、ガラス製レンズ母型をダイフリー-MS-181(ダイキン工業株式会社製外部離型剤)100部とアセトン500部の混合液に浸漬したのち、ゆるやかに引き上げのち

いた。

比較例5

実施例13においてジイソプロピルアシッドホスヘートを使用しない以外は実施例13と同様に行って、加熱重合させたのち冷却しても、ウレタン樹脂製レンズがガラス製レンズ母型から離型せず、接着したままであった。

比較例6

比較例5においてガラス製レンズ母型として、“ダイフリー-MS-181”(ダイキン工業株式会社製外部離型剤)100部とアセトン500部の混合液に浸漬したのち、ゆるやかに引き上げのち風乾して表面離型剤処理をしたガラス製レンズ母型を用いる以外は比較例5と同様に行った、加熱重合後、冷却すると離型は容易であるが得られる含硫ウレタン樹脂製レンズの表面に一部離型剤が移行して不透明な部分を有していた。

(発明の効果)

本発明の注型重合法を用いることにより、得られる含硫ウレタン樹脂製レンズはレンズ母型か

らの成型が容易であり、かつ、得られるレンズの表面は高い透明性と良好な面精度を有しており、本発明の注型重合方法は優れた含波ウレタン樹脂製レンズが得られる重合方法である。

出願人代理人 藤 本 博 光